

**Benefits Report****12/30/2002 6:00:00 PM****Computed Data Summary**

Separation Date: 05/31/2021  
 Annuity Start Date: 06/01/2021  
 Annuity Start Age: 60 Years 0 Months

**Annuity Estimate****Voluntary Retirement-Immediate Annuity**

Monthly	Annually	Description
\$2,592	\$31,105	FERS Base Annuity

**Retirement Benefits Projection (Inflation Adjusted)**

In addition to your retirement annuity, other annuity benefits were added and adjusted for inflation to give a better picture of your annual purchasing power during your retirement years. For example, CSRS and Social Security benefits are fully indexed for inflation while a FERS annuity and your TSP benefits are not. (See the "Explanation of Retirement Benefits Projection" for more information about inflation and cost of living adjustments.)

	Age 60, 06/2021	Age 62, 06/2023	Age 72, 06/2033	Age 82, 06/2043
FERS Annuity	\$31,104	\$31,104	\$31,104	\$31,104
FERS Supplement *	\$11,400			
Social Security *		\$15,738	\$15,738	\$15,738
TSP Annuity	\$91,632	\$91,632	\$91,632	\$91,632
<b>Net Annuity</b>	<b>\$134,136</b>	<b>\$138,474</b>	<b>\$138,474</b>	<b>\$138,474</b>

**Thrift Savings Plan**

TSP Annuity based on estimated lump sum at retirement of:

\$1,083,610 (adjusted for inflation)  
 \$1,083,610 (stated in year 2021 dollars)

\* Social Security and/or FERS Supplement Annuity amount may be reduced based on Earnings Test (see Explanation Of Benefits).

**FRB Version 3.5.8.73 WEB (2002), Economic Systems, Inc.**

---

CHANGE INPUTS

**Benefits Report****12/30/2002 6:04:03 PM****Input Data Summary****Employee**

Date of Birth: 05/04/1961

**Employment**

Retirement Service Computation Date: 03/09/1993

Current Retirement System: FERS

Current Annual Salary: \$101,936

**Retirement**

Using Earliest Eligible Separation Date

Projected High-3 Average Salary: \$110,431

Survivor Benefit Election: None

Projected Sick Leave Balance: 1000

**TSP**

	C Fund	F Fund	G Fund	I Fund	S Fund
Current Balance:	\$33,145	\$0	\$0	\$0	\$0
Contribution Allocation	100%	0%	0%	0%	0%
Rate Of Return	10%	7.5%	6.5%	9%	13%
Contribution Rate:	12%				

**Social Security**

Social Security Earnings keyed year-by-year.

**Economic Assumptions**

Inflation Rate: 0%

**Computed Data Summary**

Separation Date: 05/31/2021  
 Annuity Start Date: 06/01/2021  
 Annuity Start Age: 60 Years 0 Months

**Annuity Estimate****Voluntary Retirement-Immediate Annuity**

Monthly	Annually	Description
\$2,592	\$31,105	FERS Base Annuity

### Retirement Benefits Projection (Inflation Adjusted)

In addition to your retirement annuity, other annuity benefits were added and adjusted for inflation to give a better picture of your annual purchasing power during your retirement years. For example, CSRS and Social Security benefits are fully indexed for inflation while a FERS annuity and your TSP benefits are not. (See the "Explanation of Retirement Benefits Projection" for more information about inflation and cost of living adjustments.)

	Age 60, 06/2021	Age 62, 06/2023	Age 72, 06/2033	Age 82, 06/2043
FERS Annuity	\$31,104	\$31,104	\$31,104	\$31,104
FERS Supplement *	\$11,400			
Social Security *		\$15,738	\$15,738	\$15,738
TSP Annuity	\$91,704	\$91,704	\$91,704	\$91,704
<b>Net Annuity</b>	<b>\$134,208</b>	<b>\$138,546</b>	<b>\$138,546</b>	<b>\$138,546</b>

### Thrift Savings Plan

TSP Annuity based on estimated lump sum at retirement of:

\$1,084,466 (adjusted for inflation)

\$1,084,466 (stated in year 2021 dollars)

\* Social Security and/or FERS Supplement Annuity amount may be reduced based on Earnings Test (see Explanation Of Benefits).

FRB Version 3.5.8.73 WEB (2002), Economic Systems, Inc.

CHANGE INPUTS

US-PAT-NO: 4036721

DOCUMENT-IDENTIFIER: US 4036721 A

TITLE: Method for coating a conductive material

DATE-ISSUED: July 19, 1977

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	CITY	STATE	ZIP CODE	COUNTRY
Kato; Hisao	Neyagawa	N/A	N/A	JA
Yagi; Hideo	Kyoto	N/A	N/A	JA
Fukuta; Shunji	Takatsuki	N/A	N/A	JA

ASSIGNEE INFORMATION:

NAME	CITY	STATE	ZIP CODE	COUNTRY	TYPE CODE
Nippon Paint Co., Ltd.	Osaka	N/A	N/A	JA	03

APPL-NO: 05/ 690046

DATE FILED: May 25, 1976

PARENT-CASE:

This is a Continuation-in-part application of U.S. Ser. No. 486,834, filed on July 9, 1974, now U.S. Pat. No. 3,988,231.

INT-CL: [ 02] C25D013/20

US-CL-ISSUED: 204/181

US-CL-CURRENT: 204/486; 204/489 ; 204/495

FIELD-OF-SEARCH: 204/181

REF-CITED:

U.S. PATENT DOCUMENTS					
PAT-NO	ISSUE-DATE	PATENTEE-NAME	US-CL		
3616392	October 1971	Hanly	204/181	N/A	N/A
3945899	March 1976	Nikaido et al.	204/181	N/A	N/A

OTHER PUBLICATIONS

Yeates, Electropainting, 1970, pp. 132-135.

ART-UNIT: 114

PRIMARY-EXAMINER: Williams; Howard S.

ABSTRACT:

A method for coating a conductive material, which comprises applying an inorganic composition containing at least monobasic aluminum phosphate to the conductive material to form an inorganic coating layer and then applying thereto an electrodepositable composition by electrophoretic means to form an organic coating layer. The resulting composite coating layer produced by this method is characterized by possessing excellent properties, such as excellent inter-coat adhesion, excellent corrosion resistance, impact strength and flexibility.

16 Claims, 0 Drawing figures

Exemplary Claim Number: 1

----- KWIC -----

Brief Summary Text - BSTX:

The inorganic composition used in the present invention contains at least one member selected from a silicic acid base material and a metal phosphate as the base. The preferred examples of the silicic acid base material may be an alkali metal silicate, quaternary ammonium silicate, colloidal silica, a modified silicate which is obtained by modifying an alkali metal silicate with a metal ion, or the like. The alkali metal silicate includes all conventional ones and the representative ones may be lithium silicate having the molar ratio of  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Li}_2\text{O}$  of 3.5 to 20, sodium silicate having the molar ratio of  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O}$  of 1.5 to 4.0 and potassium silicate having the molar ratio of  $\text{SiO}_2$  :  $\text{K}_2\text{O}$  of 1.5 to 4.0. The quaternary ammonium silicate may be prepared, for example, by passing through an aqueous solution of an alkali metal silicate and a water-soluble amine into an ion exchange resin. The colloidal silica means a colloidal silica sol stabilized with an acid or alkali. These silicic acid base materials may be used alone or in a mixture of two or more kinds thereof.

US-PAT-NO: 6172158

DOCUMENT-IDENTIFIER: US 6172158 B1

TITLE: Vinylidene chloride-based latex and process for producing the same

DATE-ISSUED: January 9, 2001

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	CITY	STATE	ZIP CODE	COUNTRY
Sakai; Hideki	Miyazaki	N/A	N/A	JP
Yamawaki; Yukio	Miyazaki	N/A	N/A	JP
Yokota; Masahisa	Miyazaki	N/A	N/A	JP

ASSIGNEE INFORMATION:

NAME	CITY	STATE	ZIP CODE	COUNTRY	TYPE CODE
Asahi Kasei Kogyo Kabushiki Kaisha	Osaka	N/A	N/A	JP	03

APPL-NO: 09/ 421522

DATE FILED: October 20, 1999

PARENT-CASE:

This application is a continuation of PCT/JP97/03855 filed Oct. 23, 1997.

FOREIGN-APPL-PRIORITY-DATA:

COUNTRY	APPL-NO	APPL-DATE
JP	9-121467	April 25, 1997

INT-CL: [ 07] C08L027/08,C08J003/05

US-CL-ISSUED: 524/568;528/491 ;528/501

US-CL-CURRENT: 524/568; 528/491 ; 528/501

FIELD-OF-SEARCH: 528/491; 528/501 ; 524/568

REF-CITED:

U.S. PATENT DOCUMENTS

PAT-NO	ISSUE-DATE	PATENTEE-NAME	US-CL
4229569	October 1980	Feldman et al.	528/501 N/A N/A
4233437	November 1980	Kalka et al.	528/501 N/A N/A
4315843	February 1982	Vidotto et al.	N/A N/A N/A

FOREIGN PATENT DOCUMENTS

FOREIGN-PAT-NO	PUBN-DATE	COUNTRY	US-CL
39-24114	October 1938	JP	
48-10941	February 1973	JP	
57-57741	April 1982	JP	

57-076044	December 1982	JP
59-209644	November 1984	JP
62-30162	February 1987	JP
2-151610	June 1990	JP
3-70714	March 1991	JP
3-97704	April 1991	JP

ART-UNIT: 174

PRIMARY-EXAMINER: Yoon; Tae

ABSTRACT:

The vinylidene chloride-based latex of the invention has a chlorine ion content reduced to or below 500 ppm based on the total concentration of all solid matter in the latex by weight, preferably by dialysis, and has excellent resistance to hot water treatment.

17 Claims, 4 Drawing figures

Exemplary Claim Number: 5

Number of Drawing Sheets: 3

----- KWIC -----

Brief Summary Text - BSTX:

Methods for removing impurities including inorganic salts from such a vinylidene chloride-based latex include the adsorption method using an ion-exchange resin, the membrane filtration method using a microfiltration membrane or ultrafiltration membrane, and the dialysis method using a semipermeable membrane.



US-PAT-NO: 5723325

DOCUMENT-IDENTIFIER: US 5723325 A

TITLE: Indolyl-3-alkane alpha-hydroxylase compositions from pseudomonas XA

DATE-ISSUED: March 3, 1998

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	CITY	STATE	ZIP CODE	COUNTRY
Murtfeldt; Robert L.	La Canada	CA	N/A	N/A
Bream; Allan J.	Long Beach	CA	N/A	N/A
McCarthy; Kathryn K.	Long Beach	CA	N/A	N/A

ASSIGNEE INFORMATION:

NAME	CITY	STATE	ZIP CODE	COUNTRY	TYPE CODE
Automedix Sciences, Inc.	Irvine	CA	N/A	N/A	02

APPL-NO: 08/ 648620

DATE FILED: May 16, 1996

PARENT-CASE:

This is a continuation of application Ser. No. 08/122,041, filed Sep. 14, 1993, now abandoned, which is a division of application Ser. No. 07/528,681, filed May 23, 1990, now issued U.S. Pat. No. 5,244,807.

INT-CL: [ 06] C12N011/14,C12N009/14 ,C12N001/20 ,C12N001/06

US-CL-ISSUED: 435/176;435/177 ;435/178 ;435/180 ;435/195 ;435/253.3 ;435/259 ;435/802 ;435/814 ;435/818 ;435/874

US-CL-CURRENT: 435/176; 435/177 ; 435/178 ; 435/180 ; 435/195 ; 435/253.3 ; 435/259 ; 435/802 ; 435/814 ; 435/818 ; 435/874

FIELD-OF-SEARCH: 435/174; 435/178 ; 435/180 ; 435/189 ; 435/195 ; 435/253.3 ; 435/259 ; 435/802 ; 435/814 ; 435/818 ; 435/874

REF-CITED:

U.S. PATENT DOCUMENTS

PAT-NO	ISSUE-DATE	PATENTEE-NAME	US-CL
4431428	February 1984	Schmer	N/A 424/484 N/A
4438198	March 1984	Schmer	435/178 N/A N/A
4955857	September 1990	Shettigar	N/A 530/412 N/A
4956290	September 1990	Harrison, Jr.	435/189 N/A N/A
5244807	September 1993	et al.	435/253.3 N/A N/A
		Murtfeldt et al.	

## OTHER PUBLICATIONS

- Roberts, et al., The Journal of Biological Chemistry, vol. 252, No. 8, 1977, pp. 2460-2647.  
Schmer, et al., Biochimica et Biophysica Acta, vol. 527, 1978, pp. 264-271.  
Schmer, et al., Karger, Basel, 1983, pp. 284-297.  
Noda, et al., J. Biol. Chem., 252:4413-4415 (1977).  
Rosenfeld, et al., J. Biol. Chem., 252:6970-6973 (1977).

ART-UNIT: 188

PRIMARY-EXAMINER: Naff, David M.

## ABSTRACT:

Compositions containing two species of indolyl-3-alkane alpha-hydroxylase (INDH) are isolated from *Pseudomonas* XA. An INDH1 composition contains protein subunits having molecular weights of 75,000, 34,500 and 32,500 daltons. An INDH2 composition contains protein subunits having molecular weights of 60,000, 44,000 and 42,000 daltons. Molecular weights are determined by sodium dodecyl sulfate-polyacrylamide gel electrophoresis. The compositions have a Specific INDH Activity of at least 10 international Units of INDH activity per milligram of protein, and contain less than 1 nanogram of endotoxin per International Unit of Specific INDH Activity. The INDH compositions may be immobilized on an insoluble matrix such as silica beads to provide at least 2.5 international Units of INDH activity per gram of Immobilized INDH composition. The INDH compositions are isolated by lysing *Pseudomonas* XA cells at a temperature of no more than 15.degree. C. to form a solution containing INDH, separating INDH from the solution at a temperature of no more than 15.degree. C. to form an isolated solution of INDH, determining protein concentration of the isolated solution, and if the protein concentration is less than 1 mg/ml, concentrating the solution such as by ultrafiltration to increase the protein concentration to within the range of 1 to 10 mg/ml.

8 Claims, 5 Drawing figures

Exemplary Claim Number: 1

Number of Drawing Sheets: 3

----- KWIC -----

## Detailed Description Text - DETX:

A volume (25 liters) of the INDH suspension was reduced to about 0.5 liter in a 30,000 molecular weight (mw) cut off ultrafilter device (Pellicon; Millipore Corp., Bedford, Mass.) to form a concentrated INDH suspension. The concentrated INDH suspension was then cooled to 4 C. and diafiltered in the same 30,000 mw ultrafilter device with about 5 liters of 0.05M sodium acetate buffer, pH 3.0, precooled to 4 C., to form a diafiltered solution. During diafiltration, temperature, pH and conductivity were measured every 10 minutes. Diafiltration continued until the conductivity of the diafiltered solution was

less than 3 mmhos/cm and the pH was 3.2. $\pm$ 0.1. The diafiltered solution was then centrifuged at 350.times.g for 10 minutes to form a diafiltration supernatant.

DERWENT-ACC-NO: 2002-439345  
DERWENT-WEEK: 200247  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Dealkaline water glass aqueous solution manufacture for ground improvement material, involves attaining preset value of electrical conductivity and silica concentration in aqueous solution

PATENT-ASSIGNEE: TOKUYAMA CORP[TOKU]

PRIORITY-DATA: 2000JP-0271472 (September 7, 2000)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 2002079256	March 19, 2002	N/A	006	C02F 001/469

A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP2002079256A	N/A	2000JP-0271472	September 7, 2000

INT-CL (IPC): B01D061/14; B01D061/44 ; C01B033/152 ; C02F001/469

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2002079256A

BASIC-ABSTRACT: NOVELTY - A water glass solution supplied to a desalting chamber (J) of an electrodialyzer having a silica (SiO<sub>2</sub>) concentration of 1 weight% or more, and molar ratio of SiO<sub>2</sub> and alkali metal oxide (X<sub>2</sub>O) of 6 or more. The electrical conductivity of the aqueous solution in chamber (I) is made 3000 mu s/cm<sup>2</sup> or less immediately after electrodialysis finishing for 120 minutes. The SiO<sub>2</sub> concentration in the aqueous solution is made 2 g/l or less.

DETAILED DESCRIPTION - A water glass solution supplied to a desalting chamber of an electrodialyzer having silica (SiO<sub>2</sub>) concentration of 1 wt.% or more, and molar ratio of silica and alkali metal oxide (X<sub>2</sub>O) is 6 or more. The electrodialyzer is provided alternately with desalting chamber and concentration chamber. The desalting chamber has cation exchange member by the side of an anode and anion exchange membrane by the side of cathode. The concentration chamber has an anion exchange membrane by the side of an anode and a cation exchange membrane by the side of cathode. The de-alkaline water glass aqueous solution obtained has a pH of 7-12. The electrical conductivity of aqueous solution after electrodialysis finishing with 120 minutes, is 3000 mu s/cm or less. The SiO<sub>2</sub> concentration in the aqueous solution is made to 2 g/l or less. An INDEPENDENT CLAIM is included for high SiO<sub>2</sub> concentration de-alkaline water glass aqueous solution. The de-alkalized water glass aqueous solution is concentrated by ultrafiltration and the dealkalized water glass aqueous solution having 6.40 wt.% of SiO<sub>2</sub> is produced.

USE - For manufacturing de-alkaline water glass aqueous solution used as ground improvement material and grouting material.

ADVANTAGE - Desalting efficiency of water glass aqueous solution does not

reduce when electrodialyzer is restarted. Therefore, reduction in desalting efficiency by stop operation does not occur. Dealkaline water glass aqueous solution is obtained in a short time period.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS:

WATER GLASS AQUEOUS SOLUTION MANUFACTURE GROUND IMPROVE MATERIAL  
ATTAIN PRESET  
VALUE ELECTRIC CONDUCTING SILICA CONCENTRATE AQUEOUS SOLUTION

DERWENT-CLASS: D15 E33 E36

CPI-CODES: D04-A01M; E31-P05B;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 \*01\*

Fragmentation Code

A111 A940 B114 B701 B712 B720 B831 C108 C802 C803  
C804 C805 C807 M411 M720 M904 M905 M910 N120 N422  
Q231 Q454 R023

Specific Compounds

01543K 01543P

Registry Numbers

1543P 1543U

Chemical Indexing M3 \*02\*

Fragmentation Code

A100 A200 A940 B114 B701 B712 B720 B831 C108 C802  
C803 C804 C805 C807 M411 M720 M904 M905 N120 N422  
Q231 Q454 R023

Markush Compounds

200066-58901-K 200066-58901-P

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1543P; 1543U

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2002-125315

(19)日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-79256

(P2002-79256A)

(43)公開日 平成14年3月19日(2002.3.19)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード(参考)	
C 0 2 F 1/469		B 0 1 D 61/14	5 0 0	4 D 0 0 6
B 0 1 D 61/14	5 0 0	61/44	5 0 0	4 D 0 6 1
61/44	5 0 0	C 0 1 B 33/152	Z	4 G 0 7 2
C 0 1 B 33/152		C 0 2 F 1/46	1 0 3	

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 6 頁)

(21)出願番号 特願2000-271472(P2000-271472)

(22)出願日 平成12年9月7日(2000.9.7)

(71)出願人 000003182

株式会社トクヤマ

山口県徳山市御影町1番1号

(72)発明者 山本 貢

山口県徳山市御影町1番1号 株式会社ト

クヤマ内

(72)発明者 桶田 裕

山口県徳山市御影町1番1号 株式会社ト

クヤマ内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 脱アルカリ水ガラス水溶液の製造方法

(57)【要約】

【課題】 電気透析装置の脱塩室に水ガラス水溶液を供給して脱アルカリ処理を行ない、地盤改良材として好適に使用できる脱アルカリ水ガラス水溶液を製造するに際し、電気透析装置を一旦停止させた後に運転を再開しても脱アルカリ効率が低下しない製造方法を提供する。

【解決手段】 電気透析装置の脱塩室に水ガラス溶液を供給して電気透析を行い、 $\text{SiO}_2$ 濃度が1wt%以上で $\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$ （但し、Xはアルカリ金属原子を表す。）のモル比が6以上であり、かつpHが7~12である脱アルカリ水ガラス水溶液を製造するに際し、電気透析終了直後から120分以内に、脱塩室の液抜きを行ない水洗する等して、該脱塩室内の水溶液の電導度を3000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下とし、且つ該水溶液中の $\text{SiO}_2$ 濃度を2g/l以下とする。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 陽極と陰極の間に陽イオン交換膜と陰イオン交換膜とを交互に配置して、陽極側の陽イオン交換膜と陰極側の陰イオン交換膜とで仕切られた濃縮室と、陽極側の陰イオン交換膜と陰極側の陽イオン交換膜とで仕切られた脱塩室とを交互に形成した電気透析装置を用い、該電気透析装置の脱塩室に水ガラス溶液を供給して電気透析を行い、 $\text{SiO}_2$ 濃度が1wt%以上で $\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$ （但し、Xはアルカリ金属原子を表す。）のモル比が6以上であり、かつpHが7~12である脱アルカリ水ガラス水溶液を製造する方法であって、電気透析終了直後から120分以内に前記脱塩室内の水溶液の電導度を $3000\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下とし、且つ該水溶液中の $\text{SiO}_2$ 濃度を $2\text{g}/\text{l}$ 以下とすることを特徴とする脱アルカリ水ガラス水溶液の製造方法。

【請求項2】 電気透析終了直後から120分以内に前記脱塩室内の水溶液の $\text{X}_2\text{O}$ （但し、Xはアルカリ金属原子を表す。）濃度を $0.1\text{mol}/\text{l}$ 以下とすることを特徴とする請求項1記載の脱アルカリ水ガラス水溶液の製造方法。

【請求項3】  $\text{SiO}_2$ 濃度が3~10wt%の脱アルカリ水ガラス水溶液を製造する請求項1又は2に記載の製造方法。

【請求項4】 請求項3に記載の製造方法によって得られた脱アルカリ水ガラス水溶液を限外濾過により濃縮して $\text{SiO}_2$ 濃度が6~40wt%の脱アルカリ水ガラス水溶液を製造することを特徴とする高 $\text{SiO}_2$ 濃度脱アルカリ水ガラス水溶液の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は地盤注入用材として有用な脱アルカリ水ガラス水溶液の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】土木工事において、掘削等により崩壊のおそれのある地盤、湧水などにより掘削が困難な地盤などに対して、外部より地盤改良材を注入して地盤を改良する薬液注入工法が汎用されている。

【0003】現在使用される地盤改良材は種々のものが知られているが水ガラスを主剤とする地盤注入剤が安価であり、ゲルタイムの調節も容易であることから主流を占めている。

【0004】最近では注入による固化物の強度が高くその耐久性に優れること、注入液が一液でありゲルタイムの調節も容易で取り扱いに便利なこと、また改良すべき地盤の土質の応用範囲が広く、更に地盤改良後の固化物から溶出する異物の種類は限られ環境に与える影響が小さいといった特徴を有する、水ガラスを酸により処理して酸性にして硬化能力を付与させたものを主材とする非アルカリ系シリカゾル地盤改良注入材が多く用いられている。

【0005】しかし、この非アルカリ系地盤改良注入材に用いられる水ガラス中にはアルカリあるいは塩が多く含まれており、該非アルカリ系地盤改良注入材を用いて得られる固結体の強度が低下したり、長期間のうちに固結体からアルカリあるいは塩が遊離ないし逸脱して固結体が収縮してその耐久性が低下するといった問題がある。

【0006】このような欠点を改良するために水ガラスをイオン交換樹脂法によりアルカリ分を除去する方法が採用されている（特開平11-279552号公報）。

【0007】しかしながらイオン交換樹脂法による脱アルカリ処理は樹脂の再生を必要とするため長期間の脱アルカリ処理は不可能であり、さらに再生廃液が排出されることや $\text{SiO}_2$ 濃度の高い水ガラスは樹脂近傍でゲル化するため、使用する条件に制約が生じてしまう。

【0008】そこで、最近ではイオン交換膜法電気透析装置により水ガラスを脱アルカリする方法が採用されている。この方法は電気透析槽内の両端各部に陽極および陰極を配置し、これらの間に陽イオン交換膜と陰イオン交換膜とを交互に位置させて、濃縮室と脱塩室を交互に形成し各電極に直流電流を通电させるとともに脱塩室に水ガラスを循環させ、もう一方の濃縮室に水酸化ナトリウム水溶液あるいは水酸化カリウム水溶液を循環することにより脱塩室の水ガラス水溶液を脱アルカリするものであり、脱アルカリされた水ガラス水溶液を効率よく得ることが出来、得られた脱アルカリ水ガラス水溶液は地盤改良材として使用することが出来るという特徴がある。

## 【0009】

【発明が解決しようとする課題】ところが、上記方法で得られた脱アルカリ水ガラス水溶液をそのまま地盤改良材として使用する場合には、地盤改良の注入工事期間が長いので、原料補給等の理由で電気透析装置を一旦停止させる必要があるが、装置を再起動させて使用すると脱アルカリ処理能力が低下するという問題が発生することが明らかとなった。脱アルカリ処理能力の低下は単位処理量あたりの処理時間が長くなることを意味し、地盤改良注入工事期間の遅れがでることになる。

【0010】そこで、本発明は、装置を一旦停止して再起動したときに脱アルカリ処理能力の低下を起こさない方法を提供することを目的とする。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、装置を停止してから直ちに脱塩室を洗浄した場合には、再起動したときに脱アルカリ処理能力が低下しないことがあるという知見を得た。そして、該知見に基づき更に検討を行った結果、再起動時に脱アルカリ処理能力を低下させない洗浄条件を見出し、本発明を完成するに至った。

【0012】即ち、本発明は、陽極と陰極の間に陽イオ

ン交換膜と陰イオン交換膜とを交互に配置して、陽極側の陽イオン交換膜と陰極側の陰イオン交換膜とで仕切られた濃縮室と、陽極側の陰イオン交換膜と陰極側の陽イオン交換膜とで仕切られた脱塩室とを交互に形成した電気透析装置を用い、該電気透析装置の脱塩室に水ガラス溶液を供給して電気透析を行い、 $\text{SiO}_2$ 濃度が1wt%以上で $\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$ （但し、Xはアルカリ金属原子を表す。）のモル比が6以上であり、かつpHが7~12である脱アルカリ水ガラス水溶液を製造する方法であって、電気透析終了直後から120分以内に前記脱塩室内の水溶液の電導度を $3000\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下とし、且つ該水溶液中の $\text{SiO}_2$ 濃度を $2\text{g}/\text{l}$ 以下とすることを特徴とする脱アルカリ水ガラス水溶液の製造方法である。

【0013】本発明の製造方法に因れば、電気透析を一旦停止し、再起動させても脱アルカリ処理能力が低下しないため、同じ装置を用いて繰り返し安定して脱アルカリ水ガラス水溶液を製造することができる。特に電気透析終了直後から120分以内に脱塩室内の水溶液の状態を上記条件に加えて更に $\text{X}_2\text{O}$ （但し、Xはアルカリ金属原子を表す。）濃度を $0.1\text{mol}/\text{l}$ 以下とした場合には、再起動時の脱アルカリ処理能力の低下防止効果がより良好である。

【0014】本発明は理論に拘束されるものではないが、従来の方法では陽極と陰極との間流れるに電流量（電流値×時間）に比例して脱塩濃縮がおこなわれるが、電流の通電を停止した場合には濃縮室のアルカリ液が脱アルカリ液室に拡散移動し、脱アルカリ液は他のアルカリ塩類と混合されて $\text{SiO}_2$ が凝集をはじめ、陽イオン交換膜と陰イオン交換膜面に $\text{SiO}_2$ のスケールが付着してしまい膜の電気抵抗が上昇し、結果として脱アルカリ処理能力が低下するのに対し、本発明の製造方法では、 $\text{SiO}_2$ の凝集が起こらないため、このような優れた効果が得られるものと思われる。

【0015】また、一般に、電気透析により得られる脱アルカリ水ガラス水溶液の $\text{SiO}_2$ 濃度は3~10wt%程度であることが多く、地盤注入用材として好適に使用するためには $\text{SiO}_2$ 濃度を高くするのが望ましいが、前記本発明の製造方法で得られた脱アルカリ水ガラス水溶液は、限外汙過をすることにより容易に濃縮でき、 $\text{SiO}_2$ 濃度が6~40wt%と高く、地盤注入用材に適した脱アルカリ水ガラス水溶液を得ることができる。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明の製造方法は、電気透析の終了後、具体的には陽極と陰極との間の通電を停止した直後から特定の時間内に、洗浄する等によって電気透析装置の脱塩室内の水溶液を特定の条件を満足する水溶液に置換する以外は、従来の電気透析による水ガラス水溶液の脱塩方法と特に変わる点はない。

【0017】すなわち、電気透析装置としては、例えば

特開平11-61124号公報に開示されているような、陽極と陰極の間に陽イオン交換膜と陰イオン交換膜とが交互に配置されて、陽極側及び陰極側がそれぞれ相対する陽イオン交換膜及び陰イオン交換膜で仕切られた濃縮室と、陽極側及び陰極側がそれぞれ相対する陰イオン交換膜及び陽イオン交換膜で仕切られた脱塩室とを交互に形成した公知の電気透析装置が何ら制限なく使用できる。

【0018】また、装置を構成する電極、イオン交換膜、そのほか必要な部材についても特に制限なく使用されるが、例えばイオン交換膜については、水ガラス水溶液がアルカリ性であるとともに濃縮室内には水酸化ナトリウムまたは水酸化カリウムを通液するため、耐アルカリ性のイオン交換膜を使用することが望ましい。一般に陽イオン交換膜の交換基がスルホン酸基、陰イオン交換膜が第四級アンモニウム塩基であり補強基材を用いてスチレン-ジビニルベンゼン共重合体からなる炭化水素系陽イオン交換膜および陰イオン交換膜が好適に用いられる。また、イオン交換膜の素材がフッ素系重合体からなる含フッ素系イオン交換膜を用いることもできる。

【0019】本発明の製造方法においては、上記電気透析装置を用いて、水ガラス水溶液の電気透析を行ない、「 $\text{SiO}_2$ 濃度が1wt%以上で $\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$ （但し、Xはアルカリ金属原子を表す。）のモル比が6以上であり、かつpHが7~12である脱アルカリ水ガラス水溶液」（生成脱塩溶液ともいう。）を製造するが、その時の方法も前記した、特開平11-61124号公報に開示されている方法と同様に、該電気透析装置の脱塩室に水ガラス溶液を供給して電気透析を行えばよい。このとき、陽極室、陰極室、及び濃縮室には効率をよくするために水酸化ナトリウム水溶液、水酸化カリウム水溶液等の塩基性電解質水溶液を流通させるのが好適である。

【0020】なお、上記の生成脱塩溶液は、地盤改良注入材としての利用価値が特に高いものである。

【0021】本発明の製造方法で使用する水ガラス溶液は、二酸化珪素とアルカリ（一般に水酸化ナトリウム、または水酸化カリウムが用いられる。）とを融解して得られた珪酸アルカリ塩の水溶液であれば特に限定されないが、 $\text{SiO}_2$ 濃度1~10重量%、 $\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$ モル比1.5~5、PH12以上の水溶液を用いるのが一般的である。ここで、Xはアルカリ金属原子を意味する。工業的に容易に入手できるという観点からJIS規格3号水ガラス水溶液等を水で希釈して上記性状にした水溶液が好適に使用される。

【0022】なお、一般に上記のような水ガラス水溶液を用いて電気透析を行なう場合、バッチ法では一度に生産される脱塩物の量に限りがあるため、前記電気透析装置の外部に水ガラス溶液貯槽を設置し、該貯槽から水ガラス水溶液が循環するようにして前記脱塩室に水ガラス



溶液を供給するのが好適である。このような方法を採用した場合には、循環液の電気伝導率をモニターすることにより、脱塩の程度を把握することができ、所期の性状に脱塩された溶液（生成脱塩溶液）を生成物として一部抜き出すと同時に抜き出した量に見合った量の原料水ガラス溶液を前記貯槽に供給することにより、連続運転を行なうことも可能である。

【0023】本発明の製造方法においては、上記のようにして特定の性状を有する生成脱塩溶液を製造し、何らかの理由で装置を停止した場合に、電気透析終了直後から120分以内、特に30分以内に前記脱塩室内の水溶液の電導度を3000 $\mu$ S/cm以下、より好ましくは2000 $\mu$ S/cm以下とし、且つ該水溶液中のSiO<sub>2</sub>濃度を2g/l以下、より好ましくは1g/l以下とすることを最大の特徴とする。

【0024】電気透析終了直後に前記脱塩室内の洗浄を行なっても、洗浄操作を電気透析終了直後から120分を経過してから行なった場合には、装置を再起動した場合に脱塩効率の低下が起こる。また、電気透析終了直後から120分以内に前記脱塩室内の洗浄を行なっても、洗浄後に該脱塩室に存在する水溶液の伝導度又はSiO<sub>2</sub>濃度が上記範囲外であるときにも、同様に本発明の効果は得られない。再起動時の脱塩効率低下防止効果の高さの観点から、電気透析終了直後から120分以内に前記脱塩室内の水溶液を上記条件に加えてX<sub>2</sub>O（但し、Xはアルカリ金属原子を表す。）濃度が0.1mol/l以下となるようにするのが好適である。

【0025】電気透析後の脱塩室内に存在する水溶液の性状を、上記のようにする方法は特に限定されないが、脱塩室に残存する溶液を水で置換することにより好適に行なうことができる。この時に使用する水（洗浄水）の水質については超純水、イオン交換水、普通の上水道の水質のものであれば特に制限されず、電気伝導度0.05～2000 $\mu$ S/cmのものが一般的に使用される。また透析装置運転管理上の理由からは、水質濁度10ppm以下のものを使用するのが好適であるが、電気透析装置の構造上濁質が影響しない場合には許容できる濁度範囲のものが使用できる。

【0026】置換方法は特に限定されないが、より短時間に置換を完了させるためには、脱塩室に残留する脱アルカリ液の液抜きを行なったのちに水洗浄するのが好適である。液抜きの際には、圧縮空気や窒素などの気体で\*

\*急速に置換する方法も採用され、使用するイオン交換膜に対して影響の無い気体が適用される。

【0027】置換の完了は、脱塩室内の水溶液の水質を測定することにより行なえるが、予め洗浄方法ごとに、洗浄時間や置換回数等と水質との関係を調べておくことにより、所期の水質が得られる洗浄時間や置換回数を持って置換の完了とすることもできる。

【0028】また、本発明の製造方法を含めて、電気透析装置を用いて脱塩して得られる脱アルカリ水ガラス水溶液中のSiO<sub>2</sub>濃度は3～15wt%程度であることが多く、地盤注入用材として使用した場合に高い改良効果を得るためには濃縮を行ない、SiO<sub>2</sub>濃度を高くするのが望ましい。本発明の製造方法で得られた上記脱アルカリ水ガラス水溶液については、限外濾過をすることにより容易に濃縮でき、SiO<sub>2</sub>濃度が6～40wt%と高い脱アルカリ水ガラス水溶液を容易に得ることができる。

【0029】この時の限外濾過方法は特に限定されず、例えば分画分子量5000～50000の限外濾過膜を用い、濾過圧力0～0.4MPa、好ましくは0～0.2MPaで濾過すればよい。

【0030】このような方法で得られた高SiO<sub>2</sub>濃度の脱アルカリ水ガラス水溶液を地盤改良材として用いた場合には、強度の高い地盤を得ることができる。

【0031】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をより詳しく説明するが、本発明はこれら実施例に限られるものではない。

【0032】なお、以下の実施例及び比較例における洗浄処理は、下記表1に示す仕様のトクヤマ社製の電気透析装置（TS2-10型）を用い、JIS規格3号水ガラス溶液をイオン交換水で希釈し、SiO<sub>2</sub>含有量を6%に調整した珪酸ソーダ水溶液を脱塩室に供給して脱アルカリ処理（第一脱アルカリ処理）を行なった後に行なったものである。但し、上記電気透析は、表2に示す開始条件でバッチ処理により表3に示す条件になるまで行なった。また、透析前後の脱アルカリ液組成を表4に示す。また、運転中の平均電流密度は2.0A/dm<sup>2</sup>、脱アルカリに要する時間は40分であった。

【0033】

【表1】

電気透析装置	TS2-10型（株）トクヤマ製
使用膜数	陰イオン交換膜 ネオセプタ AHA 10枚 陽イオン交換膜 ネオセプタ CMX 12枚
有効膜面積	2dm <sup>2</sup> ×10対
陽極・陰極板	Ni・Ni
運転方式	5V定電圧運転 バッチ処理

【0034】

※ ※【表2】

7

8

	脱アルカリ液	濃縮液	電極液
液種	珪酸ソーダ水溶液	水酸化ナトリウム水溶液	水酸化ナトリウム水溶液
液濃度	SiO <sub>2</sub> 濃度 6wt%	0.5 mol/L	0.5 mol/L
液電導度	24 mS/cm	80 mS/cm	80 mS/cm
液量	2 L	2 L	3 L
循環流量	3.1 L/分	3.1 L/分	5 L/分

【0035】

\* \* 【表3】

	脱アルカリ液	濃縮液	電極液
液種	珪酸ソーダ水溶液	水酸化ナトリウム水溶液	水酸化ナトリウム水溶液
液濃度	SiO <sub>2</sub> 濃度 6.5wt%	NaOH 0.65 mol/L	NaOH 0.5 mol/L
液電導度	6.0 mS/cm	110 mS/cm	80 mS/cm
液量	1.8 L	2.2 L	3 L
循環流量	3.1 L/分	3.1 L/分	5 L/分

【0036】

【表4】

	透析前	透析後
比重(20℃)	1.073	1.043
SiO <sub>2</sub> (wt%)	6.0	6.4~6.5
Na <sub>2</sub> O(wt%)	2.0	0.30~0.35
SiO <sub>2</sub> /Na <sub>2</sub> Oモル比	3.0	18~22
pH	12	11

【0037】実施例1

上記の第一脱アルカリ処理後、直ちに脱塩室を液抜きした。その後110分後に電導度1,000  $\mu$ S/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が500 mg/lになるように水洗を行なった。その後、さらに液抜きし720分間放置した。その後、装置を再起動させて上記と同様にして第二回目の脱アルカリ処理を行なったところ、平均電流密度は2.0 A/dm<sup>2</sup>脱アルカリする時間は40分であった。

【0038】実施例2

第一脱アルカリ処理終了後、脱塩室を液抜きして30分間で電導度500  $\mu$ S/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が60 mg/lになるまで水洗をおこなったのち液抜きし、3,600分間放置する他は実施例1と同様にして第二回目の脱アルカリ処理を行なった。その時の平均電流密度は2.0 A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリする時間は40分であった。

【0039】実施例3

第一脱アルカリ処理終了後、脱塩室を液抜きして20分間で電導度800  $\mu$ S/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が1,500 mg/lになるまで水洗をおこなったのち液抜きし、4,320分間放置する他は実施例1と同様にして第二回目の脱アルカリ処理を行なった。その時の平均電流密度は2.0 A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリする時間は40分であった。

【0040】実施例4

実施例3の第二回目の脱アルカリ処理終了後、脱塩室を液抜きして20分間で電導度900  $\mu$ S/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が1,750 mg/lになるまで水洗をおこなったのち液抜きし、7,200分間放置する他は実施例1と※50

※同様にして第三回目の脱アルカリ処理を行なった。その時の平均電流密度は2.0 A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリする時間は40分であった。

【0041】実施例5

実施例4の第三回目の脱アルカリ処理終了後、脱塩室を液抜きして110分間で電導度600  $\mu$ S/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が1,000 mg/lになるまで水洗をおこなったのち液抜きし、7,200分間放置する他は実施例1と同様にして第四回目のアルカリ処理を行なった。その時の平均電流密度は2.0 A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリする時間は40分であった。

【0042】比較例1

実施例1において、第一脱アルカリ処理終了後、液抜き及び洗浄を行わずに、脱塩室の液をそのままにして1,440分間放置する他は同様にして第二回目の脱アルカリ処理を開始した。そのときの平均電流密度は0.4 A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリに要した時間は200分であった。

【0043】比較例2

実施例1において、第一脱アルカリ処理終了後脱塩室を液抜きして、90分間で電導度3,000  $\mu$ S/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が17,000 mg/lになるまで水洗を行ない、20分間放置する他は同様にして第二回目の脱アルカリ処理を開始した。そのときの平均電流密度は0.45 A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリに要した時間は180分であった。

【0044】比較例3

実施例1において、第一脱アルカリ処理終了後脱塩室を液抜きして、30分間で電導度3,500  $\mu$ S/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が10,000 mg/lになるまで水洗を行ない、30分間放置する他は同様にして第二回目の脱アルカリ処理を開始した。そのときの平均電流密度は0.45 A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリに要した時間は180分であった。

【0045】比較例4

実施例1において、第一脱アルカリ処理終了後脱塩室を液抜きして、150分間で電導度500  $\mu$ S/cmならびに

SiO<sub>2</sub>濃度が1,200mg/lになるまで水洗を行ない、300分間放置する他は同様にして第二回目の脱アルカリ処理を開始した。そのときの平均電流密度は0.45A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリに要した時間は180分であった。

#### 【0046】比較例5

実施例1において、第一脱アルカリ処理終了後脱塩室を液抜きして、15分間で電導度10,000μS/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が1,200mg/lになるまで水洗を行ない、720分間放置する他は同様にして第二回目の脱アルカリ処理を開始した。そのときの平均電流密度は0.42A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリに要した時間は190分であった。

#### 【0047】比較例6

実施例1において、第一脱アルカリ処理終了後脱塩室を液抜きして、45分間で電導度500μS/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が12,200mg/lになるまで水洗を行ない、60分間放置する他は同様にして第二回目の脱アルカリ処理を開始した。そのときの平均電流密度は0.42A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリに要した時間は190分であった。

#### 【0048】比較例7

実施例1において、第一脱アルカリ処理終了後脱塩室を

液抜きして、60分間で電導度1,000μS/cmならびにSiO<sub>2</sub>濃度が15,000mg/lになるまで水洗を行ない、15分間放置する他は同様にして第二回目の脱アルカリ処理を開始した。そのときの平均電流密度は0.42A/dm<sup>2</sup>であり、脱アルカリに要した時間は190分であった。

#### 【0049】実施例6

実施例1における第一脱アルカリ処理によって得られた水溶液を、分画分子量10,000の限外ろ過膜を用いて、ろ過圧力0.2MPaという条件下で限外ろ過を行った。得られたろ液のSiO<sub>2</sub>濃度を測定したところ、20重量%であった。

#### 【0050】

【発明の効果】本発明によれば、電気透析装置を用いて水ガラス水溶液の脱塩を行なうに際し、装置を一旦止めてから運転を再開しても脱塩効率が低下しない。したがって、脱塩された水ガラス水溶液を地盤改良材としてそのまま使用する工法に、本発明の製造方法を適用した場合には、勤務形態の都合等によって運転を止めざるを得ない場合においても、停止操作による脱塩効率の低下が起こらないため、工期の遅延を最小限にとどめることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4D006 GA06 GA17 KA11 KA22 KA61  
KE13R KE14R KE15R KE19R  
KE25P KE25Q KE25R KE28R  
MA13 MA14 MB05 MC24 MC28  
MC74 MC78 PB12 PB26 PC80  
4D061 DA10 DB18 EA09 EB02 EB04  
EB13 EB19 EB37 EB39 FA09  
GA21 GC20  
4G072 AA28 CC04 EE01 GG03 HH21  
PP11 PP13 RR30 UU30

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-215502

(43) 公開日 平成8年(1996)8月27日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 9/02	6 0 1	9344-4D	B 0 1 D 9/02	6 0 1 B
	6 0 2	9344-4D		6 0 2 A
	6 0 4	9344-4D		6 0 4
	6 2 0	9344-4D		6 2 0
	6 2 5	9344-4D		6 2 5 E

審査請求 未請求 請求項の数5 O L (全 4 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平7-23681

(22) 出願日 平成7年(1995)2月13日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 吉岡 千佳子

茨城県日立市大みか町七丁目2番1号 株式会社日立製作所エネルギー研究所内

(72) 発明者 黒川 秀昭

茨城県日立市大みか町七丁目2番1号 株式会社日立製作所エネルギー研究所内

(72) 発明者 船橋 清美

茨城県日立市大みか町七丁目2番1号 株式会社日立製作所エネルギー研究所内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

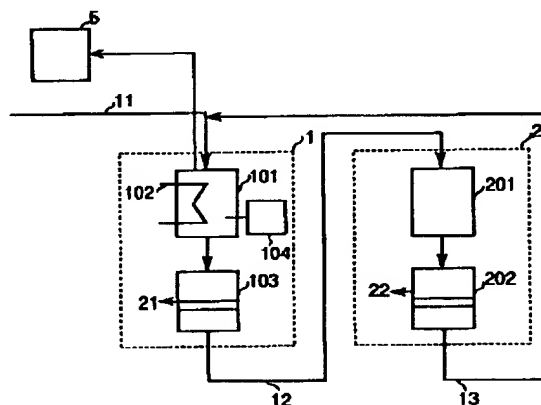
(54) 【発明の名称】 分別晶析方法

(57) 【要約】

【構成】濃縮晶析装置は高温槽1、低温槽2から構成され、NaCl-KCl混合液11は高温晶析槽101に送られ、90℃以上に加熱、濃縮される。この液の導電率を導電率計104で測定し、一定になる直前に加熱濃縮を停止し、析出したNaCl固体21と濃縮液12は、フィルタ103によって分離され、濃縮液12は低温晶析槽201に送られ、低温晶析槽201で濃縮液12は20℃まで冷却され、KCl固体22が析出する。KCl固体22は回収され、濃縮液13は再び高温晶析槽101に送られる。

【効果】高純度かつ高回収率でNaCl、及びKClを回収することができる。

図 1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】NaCl-KCl混合液で高温ではNaClの溶解度が低く、低温ではKClの溶解度が低いという二成分の温度による溶解度差を利用して分別する晶析方法において、溶液を加熱濃縮すると、先ずNaClが飽和溶解度に達し析出し、次にKClが析出するが、KClが飽和溶解度に達し析出しないように制御することを特徴とする分別晶析方法。

【請求項2】請求項1において、前記制御方法にはイオン濃度を測定する分別晶析方法。

【請求項3】請求項1において、前記制御方法には導電率を測定する分別晶析方法。

【請求項4】導電率計の電極には上部、又は側部の液流通口にカバーを設置し、下部に固体流出口を設置することを特徴とする分別晶析方法。

【請求項5】請求項1において、前記混合液は動物からの排液、及び処理後の排液である分別晶析方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明はミネラルを含んだ溶液を処理して必要な無機成分を回収する方法に係り、特に、溶液がNa<sup>+</sup>、K<sup>+</sup>、Cl<sup>-</sup>の混合液からNaClとKClを高純度、高回収率で分離回収する方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】NaClとKClを分離する方法に両者の溶解度の温度依存性の違いを利用した濃縮晶析法がある。これは、カリウム鉱石からKClを工業的に生産する方法として利用されている。特に、カリウム鉱石のシルバイトはNaClとKClが混在しているため、この晶析法によりNaClとKClを分離している。

【0003】シルバイトからNaClとKClの分離法として、まず、シルバイトを4mm以下に粉砕し、重液を用い比重の差(NaCl 2.16, KCl 1.99)によって分離する。1mm以下のシルバイト粒子は比重で分離することが困難であるため、次に濃縮晶析法により分離する。晶析法は、高温のNaCl飽和溶液にNaClとKClの混合物を溶解するとKClのみが溶解し、NaClが析出する。これをろ過し、析出物のNaClとろ液を分別する。ろ液を冷却するとNaClの溶解度はほとんど変化しないが、KClは低温で溶解度が小さくなり、析出する。KClをろ過して再び、ろ液を最初の工程に戻す。これを繰り返し、NaClとKClを分離する。

【0004】このような方法として、例えば、安藤淳平、佐治孝編“無機工業化学”p76～81が挙げられる。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来、NaClとKClの分離は溶解度差を利用した分別晶析方法が用いられている。この方法はNaClがKClより多量に混入し

ている場合、加熱濃縮すると先にNaClが溶解度を越え析出し、次にKClが析出する。KClが析出する前に加熱濃縮を止め、NaClをろ過し冷却してKClを析出させ分別する必要がある。しかし、KClが飽和溶解度に達する前に加熱濃縮を止めると、NaClは高純度で回収できるが、KClの析出物中にNaClも析出しKClの純度が低下すると共にNaClの回収率も低下する。純度の高いKClを回収しNaClの回収率を上げるためには、加熱濃縮のときに、KClが析出する直前に加熱濃縮を停止する方法を考案する必要がある。

【0006】本発明の目的は分別晶析方法において、加熱濃縮時の溶液の導電率を測定し、KCl濃度と導電率の関係からKClが析出する直前で加熱濃縮を停止し、高純度かつ高回収のNaCl、及びKClを回収する分別晶析方法を提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】分別晶析方法において、加熱濃縮時の溶液の導電率を測定しKCl濃度と導電率の関係からKClが析出する直前に加熱濃縮を停止し、NaClを取り出すことで解決できる。

## 【0008】

【作用】単独のNaClとKClの溶解度はほとんど差がないが、混合状態では溶解度に差が生じる。図2に20℃と90℃におけるNaCl-KCl混合液の溶解度を示す。

【0009】図2でACは90℃でのNaCl(KCl存在下での)の溶解度曲線、BCはKCl(NaCl存在下での)の溶解度曲線である。CはNaCl、KClの双方で飽和している点である。A' C'、B' C'はこれらの20℃での場合である。C'の組成の液を90℃で濃縮するとP点でNaClを析出し始め、さらに濃縮すると液の組成はPからCに進み、CでKClをも析出し始める。KClを析出する直前にNaClを分離し、液を10℃に冷却すれば、KClを析出して組成はQとなる。これからKClを分離して液を90℃で濃縮すれば、RでNaClを析出する。この操作を繰り返すことで、NaClとKClを分離することが可能である。しかし、Sで濃縮を止めNaClを分離し冷却すると、液中にNaClを析出して液の組成はTになり、KClを析出してQとなる。このため析出物はNaClとKClの混合物となりKClの純度が低下する。また、液からのNaClの回収率も低下する。従って高純度かつ高回収率のNaCl、及びKClを回収するためには、KClが析出するCの直前で濃縮を止める必要がある。

【0010】図3に90℃のときの溶液のKCl濃度と導電率の関係を示す。KCl濃度が増加すると導電率も増加する。濃縮すると図2のPでNaClが析出し始め、さらに濃縮を続けると液の組成はPからCに進み、KCl濃度は増加し導電率も増加する。図2のCでKCl

10

20

30

40

50

3

1も飽和溶解度に達し析出し始めるが、液の濃度はCを維持するため導電率は一定になる。図2のCのKCl濃度が32.5g/100g-水であり、このKCl濃度の導電率は図3より460ms/cmである。これより、導電率が460ms/cmより低い値で加熱濃縮を停止すればよいことになる。従って、導電率を測定することでKClが析出する直前に加熱濃縮を停止することが可能である。この後析出したNaClをろ過し、溶液を冷却してKClを析出させることで、高純度かつ高回収率のNaCl、及びKClの回収が可能である。

## 【0011】

【実施例】図1に本発明の分別晶析装置の一実施例を示す。分別晶析装置は高温槽1、低温槽2から構成される。高温槽1は高温晶析槽101、ヒータ102、及びフィルタ103、導電率計104から、低温槽2は低温晶析槽201、及びフィルタ202から構成される。NaCl-KCl混合液11は高温晶析槽101に送られる。高温晶析槽101に入った混合液11は、ヒータ102によって90℃以上に加熱され、発生した水蒸気はコンデンサで凝縮される。これより混合液は濃縮され、図2に示すPでNaClを析出し始める。濃縮を続けると液の組成はPからCに進み、液の導電率も濃縮するに従って増加する。CでKClも飽和に達し析出し始める。液の濃度はCを維持するため、液の導電率は一定となる。これを利用して液の導電率を導電率計104で測定し、一定になる直前に加熱濃縮を停止する。この析出したNaCl固体21と濃縮液12は、フィルタ103によって分離される。NaCl固体21は回収され、濃縮液12は低温槽2の低温晶析槽201に送られる。低温晶析槽201で濃縮液12は20℃まで冷却される。このとき、NaClの溶解度は変化せずにKClの溶解度が小さくなるために、溶解度以上になったKCl固体22が析出する。析出したKCl固体22と濃縮液13は、フィルタ202によって分離される。KCl固体22は回収され、濃縮液13は再び高温晶析槽101

4

に送られる。同様にこの操作を繰り返す。この結果、高純度かつ高回収率のNaCl、及びKClを回収することが可能である。

【0012】また、液のイオン濃度をオンラインで測定するのに導電率を測定しているが、他に比重や屈折率を用いてもこの方法は有効である。

【0013】図3に本発明に係る高温槽の導電率計の一実施例を示す。図1に示した高温晶析槽では、導電率を測定するために導電率計の電極を設置している。この電極間は液が流通するようになっているが、固体物が析出しこの電極間に浮遊すると正確に導電率を測定することが困難である。このため、電極間には液だけを入れて固体物は入らないようにし、電極間で発生した固体物は電極間から除去する必要がある。そこで図3の電極101の上部、又は側部の液流通口にカバー102を設置し、固体物が入らないようにする。また、電極の下部に固体物が通過できる流出口を設置し、電極間で発生した固体物をこの出口から排出する。これより、この問題は解決できる。

## 【0014】

【発明の効果】本発明によると、分別晶析方法において加熱濃縮時にNaCl-KCl混合液の導電率を測定し、KCl濃度と導電率の関係からKClが析出する直前に加熱濃縮を停止しNaClを取り出すことで高純度かつ高回収率のNaCl、及びKClを回収することができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の分別晶析装置の一実施例の系統図。

【図2】20℃と90℃におけるNaCl-KCl混合液の溶解度の特性図。

【図3】KCl濃度と導電率の関係を示す特性図。

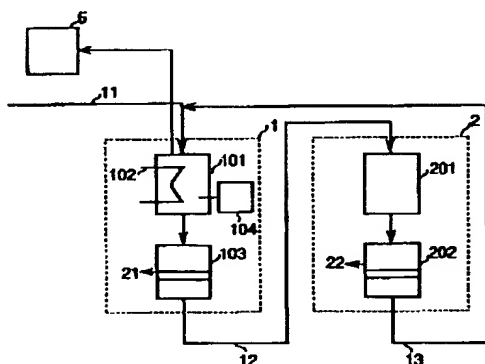
【図4】本発明における高温槽の導電率計の一実施例の系統図。

## 【符号の説明】

1…高温槽、2…低温槽。

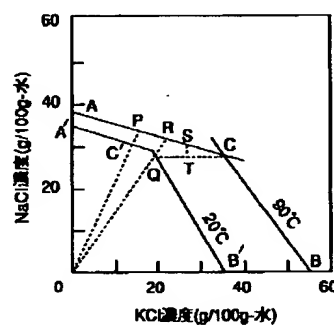
【図1】

図 1



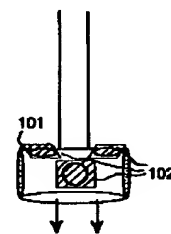
【図2】

図 2



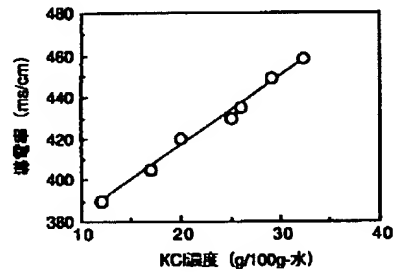
【図4】

図 4



【図3】

図 3



---

フロントページの続き(51)Int. Cl.<sup>6</sup>

B 0 1 D 9/02

識別記号

6 2 5

庁内整理番号

9344-4D

F I

B 0 1 D 9/02

技術表示箇所

6 2 5 Z

DERWENT-ACC-NO: 2002-109305

DERWENT-WEEK: 200227

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Membrane separation system operation for processing liquids, involves raising supply pressure of processed liquid, when flow rate of non-permeation liquid reduces to preset value

PATENT-ASSIGNEE: SHINKO PANTEC CO LTD[SHIA]

PRIORITY-DATA: 2000JP-0073250 (March 16, 2000)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 2001259374	September 25, 2001	N/A	007	B01D 061/02

A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP2001259374A	N/A	2000JP-0073250	March 16, 2000

INT-CL (IPC): B01D061/02; B01D061/12; B01D061/14; B01D061/22;

B01D063/16; B01D065/02; B01D065/08

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2001259374A

BASIC-ABSTRACT: NOVELTY - The flow rate of a non-permeation liquid ejected from a membrane module (3) is adjusted with a valve (7) to raise the ejection pressure while lowering the pressure of a processed liquid supplied to the membrane module when starting. The supply pressure of processed liquid rises, when the flow rate of the non-permeation liquid has reduced to a preset value.

DETAILED DESCRIPTION - The processed liquid is supplied to one side of the membrane module from a service tank (1), and the permeation liquid which is permeated through the permeable film of the membrane module is taken out from the other side, while the non-permeation liquid has not permeated through the permeable film, is taken out and ejected.

USE - For processing liquid with a membrane separation system using diafiltration of latex concentration, colloidal silica concentration in the fields of tap water filtration, waste liquid process, valuable collection, activated sludge treatment, waterworks sludge disposal, food processing waste liquid process, ion removal, COD removal, BOD removal or the removal of slurry and colloid components, etc.

ADVANTAGE - The occlusion of the fluid flow path at the time of starting the membrane separation system and during the operation is prevented, since the flow rate of the pressure of processed liquid supply is maintained low at the start and rises after the flow rate of non-permeation liquid has reduced to a preset value, while rising the ejection pressure of the non-permeation liquid by the flow rate adjustment from the start. The processed liquid can be separated into permeation and non-permeation liquids, smoothly.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows the schematic block diagram of the composition of the oscillating-type membrane separation system.

Service tank 1

Membrane module 3



Valve 7

CHOSEN-DRAWING: Dwg. 1/5

DERWENT-CLASS: A31 D15 J01

CPI-CODES: A07-B; A10-G01B; D04-A01E; J01-C04;

----- KWIC -----

Basic Abstract Text - ABTX:

USE - For processing liquid with a membrane separation system using diafiltration of latex concentration, colloidal silica concentration in the fields of tap water filtration, waste liquid process, valuable collection, activated sludge treatment, waterworks sludge disposal, food processing waste liquid process, ion removal, COD removal, BOD removal or the removal of slurry and colloid components, etc.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-259374

(P2001-259374A)

(43) 公開日 平成13年9月25日 (2001.9.25)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード (参考)
B 0 1 D 61/02	5 1 0	B 0 1 D 61/02	4 D 0 0 6
61/12		61/12	
61/14	5 1 0	61/14	5 1 0
61/22		61/22	
63/16		63/16	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-73250 (P2000-73250)

(22) 出願日 平成12年3月16日 (2000.3.16)

(71) 出願人 000192590

神鋼パンテック株式会社

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目4番78号

(72) 発明者 谷田 克義

兵庫県神戸市須磨区南落合1丁目13番8号  
282号室

(72) 発明者 高田 一貴

兵庫県神戸市垂水区霞ヶ丘6丁目7番5号

(74) 代理人 100065868

弁理士 角田 嘉宏 (外2名)

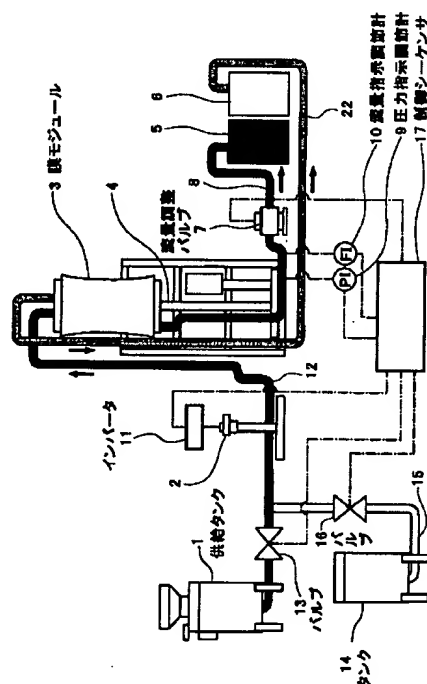
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 膜分離装置の運転方法

(57) 【要約】

【課題】 膜分離装置内の被処理液の流路の閉塞を防止し、円滑に被処理液を透過液と非透過液に分離しうる膜分離装置の運転方法を提供すること

【解決手段】 膜モジュール3の運転開始時に被処理液の供給タンク1から膜モジュール3に供給される被処理液の供給圧力を低圧とし、膜モジュール3から非透過液を排出する流量調節バルブ7を徐々に絞って膜分離装置から排出される非透過液の圧力を上昇させ、膜モジュール3から排出される非透過液の流量が所定の値に低下した時点で被処理液の供給タンク1から膜モジュール3に供給される被処理液の供給圧力を上昇させ、その後、膜モジュール3から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、供給タンク1から膜モジュール3に供給される被処理液の供給圧力と流量調節バルブ7の開度を制御する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 透過性膜を配置した膜分離装置の一方側に被処理液を供給し、透過成分を他方側に透過させて他方側から透過液を取り出し、一方側からは透過性膜を透過しない非透過液を取り出すことにより被処理液を透過液と非透過液に分離する膜分離装置の運転方法において、膜分離装置の起動時に被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の供給圧力を低圧とし、膜分離装置から排出される非透過液の流量を調節する流量調節バルブを徐々に絞って膜分離装置から排出される非透過液の圧力を上昇させ、膜分離装置から排出される非透過液の流量が所定の値に低下した時点で被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の供給圧力を上昇させることを特徴とする膜分離装置の運転方法。

【請求項2】 膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、被処理液の供給圧力と上記流量調節バルブの開度を制御することを特徴とする請求項1記載の膜分離装置の運転方法。

【請求項3】 透過性膜を振動させつつ、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、被処理液の供給圧力と流量調節バルブの開度を制御することを特徴とする請求項1記載の膜分離装置の運転方法。

【請求項4】 膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が一定値以下に低下したときに膜分離装置から排出される非透過液の流量を調節する流量調節バルブを全開とし、膜分離装置への被処理液の供給を停止して、代わりに低圧の洗浄水を膜分離装置へ供給して透過処理を行い、膜分離装置から排出される非透過液を水に置換しつつ洗浄水貯留タンクから膜分離装置に供給される洗浄水の圧力を上昇させ、透過性膜を振動させつつ一定時間膜分離装置を運転して膜分離装置から洗浄水を排出することを特徴とする請求項1、2または3記載の膜分離装置の運転方法。

【請求項5】 一定時間膜分離装置を運転して膜分離装置から一定量の洗浄水を排出した後に膜分離装置への洗浄水の供給を停止し、代わりに低圧の被処理液を膜分離装置へ供給して透過処理を行い、透過性膜を振動させつつ被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の圧力を上昇させ、その後、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、被処理液の供給圧力と流量調節バルブの開度を制御することを特徴とする請求項3記載の膜分離装置の運転方法。

【請求項6】 透過性膜を、水平面内の円周方向に振幅0.5cm以上で、振動周波数40～60Hzの条件で振動させることを特徴とする請求項2、3または4記載の膜分離装置の運転方法。

【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ラテックス濃縮、コロイドシリカ濃縮、有価物回収、廃液処理、金属分級、水道水汙過、活性汚泥処理、上水汚泥処理、食品廃液処理、イオン除去、COD除去、BOD除去、スラリーおよびコロイド成分のダイアフィルトレーション等に有用な膜分離装置の運転方法の改善に関する。

## 【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】従来、被処理液を膜分離する方法としては、微小孔を有する透過性膜を備えたクロスフロー型膜分離装置により透過液と非透過液に分離する方法が知られている。クロスフロー型膜分離装置は透過性膜により被処理液を透過成分と非透過成分とに分離し、この非透過成分を再び装置入側に供給して同じく透過性膜により透過成分と非透過成分に分離し、以降同様の操作を繰り返すことにより非透過液の濃度を高めて膜分離する方法である。この場合、非透過液中の懸濁物による膜の目詰まりを避けて透過効率を低下させないようにするためには、被処理液の流速を上げて膜表面におけるせん断力を増すことにより膜表面から異物を除去する方法がある。すなわち、膜分離において最も重要なことは膜表面に一樣な処理液の流れが形成されるように膜表面が異物で汚されないようにすることである。

【0003】ところで、一般的な膜分離装置の運転方法としては、膜分離装置から排出される非透過液と透過液の流量および圧力が所定値になるように、膜分離装置から排出される非透過液および透過液が送給される配管に設けたバルブの開度を制御することが行われている。ところが、このバルブの開度を手動で調節すると、流量や圧力のコントロールがうまくできないことが多い。特に、膜分離装置の運転開始時において、膜分離装置に供給される被処理液の圧力が過大になると、被処理液が急激に脱水されて、生成した固形物により膜分離装置の流路（後記する図2の番号26参照）が閉塞されることがある。この傾向は、特に、濃度が1重量%以上の被処理液を膜分離する場合において大きくなる。

【0004】さらに、膜分離装置の運転中において、膜分離装置から排出される非透過液の流量と圧力が低下することがある。このような傾向が現れた場合は、膜分離装置内の流路に固形物が付着し始めている可能性が高い。このまま運転を継続すると、膜分離装置内の流路が完全に固形物で閉塞されて、流路を洗浄して固形物を洗い流すことは不可能になる。すなわち、まったく膜分離装置の運転ができなくなってしまう。

【0005】本発明は従来の技術の有するこのような問題点を鑑みてなされたものであって、その目的は、膜分離装置内の被処理液の流路の閉塞を防止し、円滑に被処理液を透過液と非透過液に分離する膜分離装置の運転方法を提供することにある。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するために本発明は、膜分離装置の起動時に被処理液の供給タンクから膜分離装置に高圧・大流量の被処理液が供給されないように、低圧・小流量の被処理液を膜分離装置に供給して膜分離装置の運転を開始する。その後、膜分離装置に供給される被処理液の供給圧力を上昇させ、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、被処理液の供給圧力と、膜分離装置から排出される非透過液の流量を調節する流量調節バルブの開度を制御することにより、流路の閉塞を防止しつつ被処理液を透過液と非透過液に円滑に分離することができる。

## 【0007】

【発明の実施の形態】すなわち、本発明の要旨は、透過性膜を配置した膜分離装置の一方側に被処理液を供給し、透過成分を他方側に透過させて他方側から透過液を取り出し、一方側からは透過性膜を透過しない非透過液を取り出すことにより被処理液を透過液と非透過液に分離する膜分離装置の運転方法において、膜分離装置の起動時に被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の供給圧力を低圧（0.1MPa以下）とし、膜分離装置から排出される非透過液の流量を調節する流量調節バルブを徐々に絞って膜分離装置から排出される非透過液の圧力を上昇させ、膜分離装置から排出される非透過液の流量が所定の値に低下した時点で被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の供給圧力を上昇させることを特徴とする膜分離装置の運転方法にある。

【0008】以上のように構成される本発明によれば、膜分離装置の起動時に被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の供給圧力を低圧とすることで、被処理液が急激に脱水されることはなく、膜分離装置内の流路に固形物が生成することはない。

【0009】次いで、膜分離装置から排出される非透過液の流量を調節する流量調節バルブを徐々に絞って膜分離装置から排出される非透過液の圧力を上昇させ、膜分離装置から排出される非透過液の流量が所定の値に低下した時点で被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の供給圧力を上昇させることで、透過流束を過小に低下させることはなく、円滑に透過処理を行う。

【0010】その後、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、被処理液の供給圧力と流量調節バルブの開度を制御することで、膜分離装置内の流路は閉塞することなく、高い透過流束を確保することができる。

【0011】また、透過性膜を振動させつつ膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、被処理液の供給圧力と流量調節バルブの開度を

制御すれば、透過性膜の振動によって発生するせん断力により、膜表面近傍の高濃度成分は膜表面に付着することなく非透過側出口より排出され、透過成分は透過性膜を高い透過流束で透過する。また、膜表面には振動に伴って高せん断場が形成されるため、膜表面はクリーンな状態に保たれ、膜の目詰まりは防止される。このようにして、膜の目詰まりを防止しつつ、大きな透過流束のもとで、所定圧力と流量の非透過液を膜分離装置から排出することができる。

【0012】しかし、膜分離装置の運転を継続すると、やがて、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が一定値以下に低下することがある。このような状態は、膜分離装置内の流路に固形物が付着し初めている兆候であると解される。そこで、膜分離装置内の流路に付着した固形物を洗浄して除去するために、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が一定値以下に低下したときに膜分離装置から排出される非透過液の流量を調節する流量調節バルブを全開とし、膜分離装置への被処理液の供給を停止して、代わりに低圧の洗浄水を膜分離装置へ供給して透過処理を行い、膜分離装置から排出される非透過液を水に置換しつつ洗浄水貯留タンクから膜分離装置に供給される洗浄水の圧力を上昇させ、透過性膜を振動させつつ一定時間膜分離装置を運転して膜分離装置から洗浄水を排出することにより、膜分離装置内の流路をもとの清浄な（固形物の付着のない）状態に復帰することができる。

【0013】このように、一定時間膜分離装置を運転して膜分離装置から一定量の洗浄水を排出して膜分離装置内の流路をもとの清浄な状態に復帰した後、被処理液の膜分離を再開するために、膜分離装置へのフラッシング水の供給を停止し、代わりに低圧の被処理液を膜分離装置へ供給して透過処理を行い、透過性膜を振動させつつ被処理液の供給タンクから膜分離装置に供給される被処理液の圧力を上昇させ、その後、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が所定の値になるように、被処理液の供給圧力と流量調節バルブの開度を制御することにより、膜の目詰まりを防止しつつ、大きな透過流束のもとで、所定圧力と流量の非透過液を膜分離装置から排出することができる。

【0014】透過性膜を振動させるときの振幅および振動周波数の条件としては、透過性膜を、水平面内の円周方向に振幅0.5cm以上で、振動周波数40～60Hzの条件で振動させるのが好ましい。

## 【0015】

【実施例】以下に本発明の実施例を図面を参照しながら説明する。図1は、本発明の膜分離装置の運転方法を適用するに好適である振動型膜分離装置の概略構成を示す図である。図1を説明すると、1は被処理液の供給タンク、2は被処理液を圧送するポンプ、3は多数の平膜型の透過性膜を積層した膜モジュール、4はこの膜モジュ

ール3内の透過性膜に、水平面内の円周方向に振幅0.5〜2.54cmで振動周波数40〜60Hzの微小振幅の往復運動を伝えるトーションバー、5は非透過液（濃縮液）の貯槽、6は透過液の貯槽である。7は膜モジュール3から管路8を経て排出される非透過液の排出量を調節する流量調節バルブである。管路8には、圧力指示調節計9と流量指示調節計10が設置されている。また、ポンプ2の回転数は、インバータ11によって制御される。被処理液の供給タンク1から膜モジュール3に至る管路12には、バルブ13が設置されている。14は、洗浄水を貯留するタンクであり、タンク14と管路12とは管路15で接続されており、管路15にはバルブ16が設置されている。17は制御シーケンサであり、圧力指示調節計9と流量指示調節計10から制御シーケンサ17に入力された数値に応じて、流量調節バルブ7の開度と、インバータ11によるポンプ2の回転数と、バルブ13と16の開閉が調節される。

【0016】膜モジュール3の内部には、図2に示すように、上下の透過性膜18、18'の間に2〜15枚の不織布のドレインクロス19、19'を介して金属板20が積層されたものが水平方向に配置され、かつ鉛直方向に所定間隙を設けて多段に設置されている。図中、上位の透過性膜18の上側が一方側（供給側）であり、ドレインクロス19側が他方側（透過側）である。この供給側に被処理液を供給すると、供給側の内圧は透過側より高圧（約0.20〜3.92MPa）に設定されているため、被処理液中の透過成分、すなわち、図3に示すように、透過性膜18の微小孔より小さな粒子（透過成分）が膜孔21を透過し、他方側へ達する。透過成分が透過した後の非透過液は、図2の次の段の透過性膜18の供給側に供給され、透過成分が膜孔を透過する。

【0017】この透過処理の間、図1に示す膜モジュール3内の透過性膜はトーションバー4の作用により、水平面内の円周方向に微小振幅の往復運動を続けるため、膜表面近傍の被処理液は振動によるせん断効果により濃度分極（膜表面近傍に濃度が異常に高い部分が生じること）が抑制され、膜の目詰まりが防止される。また、膜モジュール内流路が閉塞しにくくなる。かくして、ポンプ2により適正な圧力を被処理液に与えることにより、高い透過流束のもとで、被処理液を透過液と非透過液とに効率的に分離することができる。このようにして順次透過処理が行われ、得られた透過液は管路22を経て貯槽6に送られ、管路8内にある非透過液は貯槽5に送られる。かくして、タンク1内の被処理液を管路12を経て膜モジュール3に供給し、上記した振動型膜分離装置によって効率的に透過液と非透過液に分離することができる。

【0018】振動型膜分離装置の透過性膜としては、逆浸透膜、精密ろ過膜、ナノフィルター、限外ろ過膜等を好適に用いることができる。

【0019】図4（a）は膜モジュール内の被処理液の流れを示す図であり、被処理液は経路23から膜モジュール内に流入し、透過性膜を透過した透過液は経路24から排出され、非透過液は経路25から排出される。26は非透過液の流路である（直上の透過性膜18'と直下の透過性膜18との間隙が非透過液の流路である。図2の拡大図参照）。図4（b）は透過性膜の拡大平面図で、27は透過液の流路、28は被処理液の流路である。

【0020】以上のように構成される振動型膜分離装置の運転方法の一例について、図1と図5を参照しながら説明する。

#### （1）運転条件

##### a. 被処理液

濃度10%のCaCO<sub>3</sub>水溶液を使用した。

##### b. 透過性膜

ナノフィルターを使用した。

##### c. 振動型膜分離装置および振動条件

外形が約30cmで内径が約10cmで、膜面積が0.045m<sup>2</sup>である円形平膜のナノフィルターを配置した、図1に示す構成の振動型膜分離装置を用いた。

【0021】振動周波数=約58Hz

振幅=約25mm

温度=20℃

出口流量=3.5リットル/分

#### （2）膜分離装置の運転方法

##### a. 通常運転時

図5（a）の横軸は時間であり、縦軸は膜分離装置から排出される非透過液の圧力（実線）と流量（点線）を示す。

〔運転ステップ1〕制御シーケンサ17により、バルブ16は閉じ、バルブ13は開いて、流量調節バルブ7を全開にして、ポンプ2を約0.1MPaの圧力で起動し、その後、徐々に流量調節バルブ7を閉じるようにした。そのために、圧力指示調節計9で検知される非透過液の圧力（図5（a）の実線）はやや上昇し、一方、流量指示調節計10で検知される非透過液の流量（図5（a）の点線）は徐々に低下した。なお、透過性膜は振動させなかった。

〔運転ステップ2〕やがて、流量指示調節計10で検知される流量が、3.5リットル/分以下になったときに、流量調節バルブ7の閉止操作を一次停止し、制御シーケンサ17により、ポンプ2の回転数（CaCO<sub>3</sub>の送給圧）を徐々に増加させ、流量指示調節計10で検知される流量が3.5リットル/分以上になったときに、流量調節バルブ7の閉止操作を再開した。

〔運転ステップ3〕ポンプ2によるCaCO<sub>3</sub>の送給圧が約0.2MPaに達した時点で流量調節バルブ7の閉止操作を停止し、透過性膜の振動を開始させた。そして、圧力指示調節計9で検知される非透過液の圧力と流

量指示調節計10で検知される非透過液の流量が、それぞれ所定の数値(約0.2MPaと約3.5リットル/分)になるように、制御シーケンサ17により、ポンプ2の回転数(CaCO<sub>3</sub>の送給圧)と流量調節バルブ7の開度を調節した。

【0022】なお、被処理液の性状や種類によっては、図5(a)に示すように、さらに、非透過液の排出圧力と流量が多くなるように(例えば、約0.3MPaと5.0リットル/分)、ポンプ2の回転数と流量調節バルブ7の開度を調節することができる。

### (3) 膜分離装置の洗浄

やがて、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量が、それぞれ約0.2MPa以下と約3.5リットル/分以下に低下したので、膜モジュール内の流路に固形物が付着し初めている兆候であると解し、膜分離装置内の流路に付着した固形物を洗浄して除去するために、洗浄を行った。図5(b)の横軸は時間であり、縦軸は膜分離装置から排出される洗浄水の圧力(実線)と流量(点線)を示す。

〔洗浄ステップ1〕制御シーケンサ17により、膜分離装置の運転を停止し、バルブ13を閉じて膜分離装置へのCaCO<sub>3</sub>の供給を停止し、流量調節バルブ7を全開にし、バルブ16を開いてタンク14内の洗浄水を膜モジュール3へ、ポンプ2を運転して約0.1MPaの圧力で供給した。

〔洗浄ステップ2〕管路8を経て排出される非透過液が水に置換された時点で、圧力指示調節計9で検知される水の圧力と流量指示調節計10で検知される水の流量が、それぞれ所定の数値(約0.2MPaと約5.0リットル/分)になるように、制御シーケンサ17により、ポンプ2の回転数(フラッシング水の送給圧)と流量調節バルブ7の開度を調節し、透過性膜の振動を開始した。

〔洗浄ステップ3〕圧力指示調節計9で検知される水の圧力と流量指示調節計10で検知される水の流量が、それぞれ所定の数値に保たれるように、所定時間洗浄を継続した。

【0023】以上の洗浄工程の終了後、図5(a)と同様の圧力-流量パターンを示すように、被処理液(CaCO<sub>3</sub>)の膜分離を再開した。

【0024】

【発明の効果】本発明は上記のとおり構成されているので、次の効果を奏する。

【0025】請求項1、2、5記載の発明によれば、膜

分離装置の起動時または通常運転時における膜分離装置内の流路の閉塞を防止し、円滑に被処理液を透過液と非透過液に分離しうる膜分離装置の運転方法を提供することができる。

【0026】請求項3記載の発明によれば、透過性膜を振動させることによって発生するせん断力によって、膜の目詰まりを防止し、高い透過流束を確保することができる。

【0027】請求項4記載の発明によれば、膜分離装置内の流路の閉塞を確実に防止することができる。

【0028】請求項6記載の発明によれば、透過性膜を振動させるときの好適な振幅および振動周波数の条件を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の膜分離方法を適用するに好適である振動型膜分離装置の概略構成図である。

【図2】図1の振動型膜分離装置に使用する膜モジュールの一部を示す断面図である。

【図3】振動型膜分離装置による透過処理の概念を示す図である。

【図4】図4(a)は振動型膜分離装置による膜モジュール内の被処理液の流れを示す図であり、図4(b)は透過性膜の拡大平面図である。

【図5】図5(a)は、膜分離装置から排出される非透過液の圧力と流量の時間経過を示す図、図5(b)は、洗浄時に膜分離装置から排出される洗浄水の圧力と流量の時間経過を示す図である。

【符号の説明】

1…被処理液の供給タンク

3…膜モジュール

5…非透過液の貯槽

6…透過液の貯槽

7…流量調節バルブ

9…圧力指示調節計

10…流量指示調節計

11…インバータ

13、16…バルブ

14…洗浄水の貯留タンク

17…制御シーケンサ

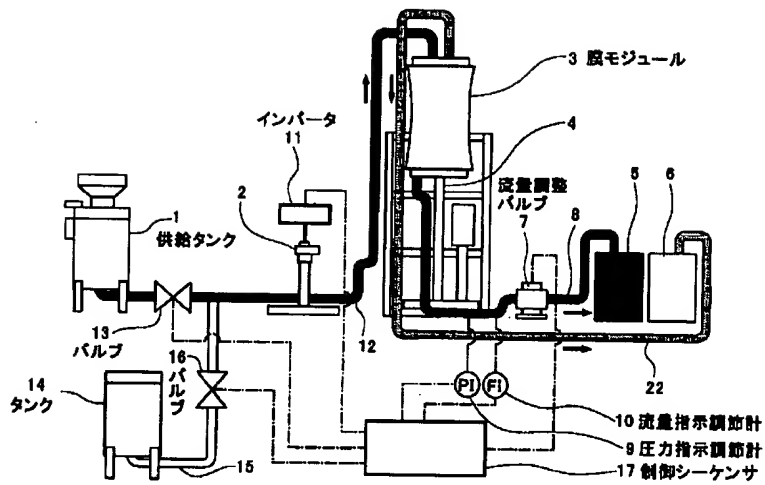
18、18'…透過性膜

26…非透過液の流路

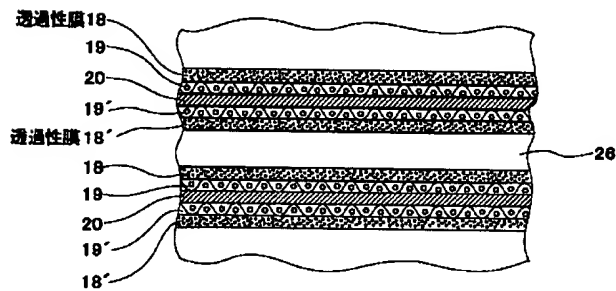
27…透過液の流路

28…被処理液の流路

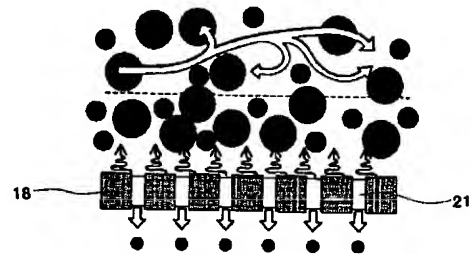
【図1】



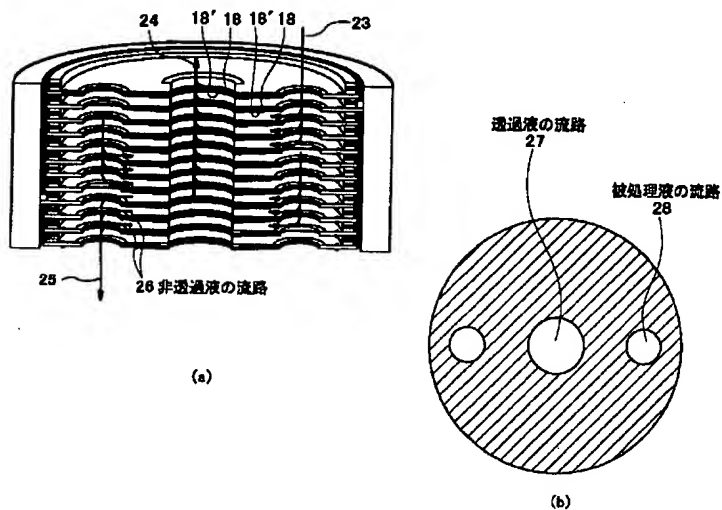
【図2】



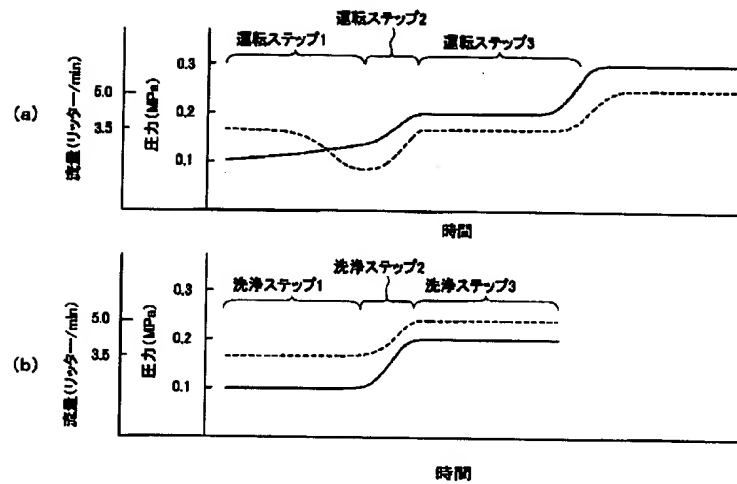
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

B01D 65/02  
65/08

識別記号  
530

F I

B01D 65/02  
65/08

タームコード(参考)

530

Fターム(参考) 4D006 GA03 GA06 GA07 HA42 JA39Z  
KA47 KA61 KC03 KC13 KE03Q  
KE09Q KE22Q KE30Q MA03  
MA06 PA03 PA04 PB06 PB08  
PB23 PC11 PC62